

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9670:2017

ISO 6885:2016

Xuất bản lần 2

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH TRỊ SỐ ANISIDIN**

Animal and vegetable fats and oils - Determination of anisidine value

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 9670:2017 thay thế TCVN 9670:2013;

TCVN 9670:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 6885:2016;

TCVN 9670:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F2
Dầu mỡ động vật và thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định trị số anisidin

Animal and vegetable fats and oils – Determination of anisidine value

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định trị số anisidin trong dầu mỡ động vật và thực vật. Phương pháp này đo lượng aldehyt có mặt (chủ yếu là các aldehyt chưa bão hòa dạng α , β) trong sản phẩm.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho sữa và sản phẩm sữa (hoặc chất béo từ sữa và sản phẩm sữa).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

TCVN 6128 (ISO 661), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

3.1

Trị số anisidin (anisidine value)

Một trăm lần tăng độ hấp thụ của dung dịch thử khi phản ứng với *p*-anisidin, đo được ở bước sóng 350 nm trong cuvet 10 mm, trong điều kiện thử nghiệm quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Trị số anisidin không có thứ nguyên, được tính và xác định trên 1 g mẫu thử trong 100 ml hỗn hợp dung môi và thuốc thử.

4 Nguyên tắc

Dung dịch mẫu thử được chuẩn bị trong iso-octan (2,2,4-trimethylpentan). Dung dịch này phản ứng với dung dịch *p*-anisidin trong axit axetic. Đo sự tăng độ hấp thụ ở bước sóng 350 nm. Tính trị số anisidin.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước phù hợp với loại 3 trong TCVN 4851 (ISO 3696).

5.1 Natri sulfat (Na_2SO_4), khan.

5.2 Iso-octan (2,2,4-trimethylpentan), có độ hấp thụ không vượt quá 0,01 so với nước, được đo trong dải bước sóng từ 300 nm đến 380 nm.

5.3 4-Methoxyanilin (*p*-anisidin), tinh thể màu kem, dạng khan.

CẢNH BÁO – *p*-anisidin là chất độc và cần thận không để tiếp xúc với da.

Bảo quản *p*-anisidin trong chai tối màu với nhiệt độ từ 0 °C đến 4 °C ở nơi tối.

p-anisidin không được có màu (xám hoặc hồng). Nếu có màu thì tinh sạch *p*-anisidin như sau:

Hoà tan 4 g *p*-anisidin trong 100 ml nước ở 75 °C. Thêm 0,5 g natri sulfit (Na_2SO_3) và 2 g than hoạt tính. Khuấy trong 5 min và lọc qua giấy lọc trung bình để thu được dung dịch trong. Làm lạnh phần dịch lọc đến 0 °C và để ở nhiệt độ này ít nhất 4 h. Lọc các tinh thể, tốt nhất là trong điều kiện chân không và rửa bằng một lượng nhỏ nước ở khoảng 0 °C. Làm khô trong bình hút ẩm chân không chứa chất hút ẩm hiệu quả.

5.4 Axit axetic băng, chứa lượng nước không quá 0,1 % (phần khối lượng).

5.5 Thuốc thử anisidin

Ngay trong ngày sử dụng, chuẩn bị một lượng nhỏ nhất của thuốc thử cần dùng để phân tích, lưu ý đến độ tinh và hạn dùng của thuốc thử. Ví dụ: chuẩn bị 50 ml thuốc thử như sau:

Hoà tan 0,125 g *p*-anisidin (5.3) trong axit axetic băng (5.4) đựng trong bình định mức 50 ml và pha loãng bằng axit axetic băng đến vạch, tránh ánh sáng mạnh.

Kiểm tra độ hấp thụ so với iso-octan trước khi sử dụng và loại bỏ thuốc thử này khi sự chênh lệch độ hấp thụ lớn hơn 0,2. Trong mọi trường hợp, loại bỏ các thuốc thử còn thừa sau ngày sử dụng.

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và các thiết bị, dụng cụ sau:

6.1 Máy đo phổ, hai chùm tia hoặc một chùm tia, thích hợp để sử dụng ở bước sóng 350 nm, với cuvet có chiều dài đường quang là 10 mm.

Khi sử dụng máy đo phổ hai chùm tia thì nên sử dụng một cặp cuvet 10 mm.

6.2 Bình định mức, dung tích 25 ml.

6.3 Ống nghiệm, dung tích 10 ml, có nút đậy bằng thủy tinh mài.

6.4 Pipet, dung tích 1 ml và 5 ml, được trang bị một bộ phận hút an toàn

7 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình bảo quản và vận chuyển.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555).

8 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128 (ISO 661).

Nếu độ ẩm của mẫu lớn hơn 0,10 % (khối lượng) thì làm khô mẫu theo quy trình sau:

Cho natri sulfat (5.1) với tỷ lệ 1 g đến 2 g trên 10 g mẫu đã trộn kỹ, ở nhiệt độ cao hơn điểm nóng chảy 10 °C, trong trường hợp chất béo dạng rắn. Khuấy kỹ và lọc, duy trì nhiệt độ này để tránh làm mẫu đông đặc.

Cẩn thận loại bỏ hơi ẩm từ bên ngoài trong suốt quá trình chuẩn bị mẫu thử vì hơi ẩm sẽ tạo thành nước và có thể ảnh hưởng đến cân bằng phản ứng.

9 Cách tiến hành

9.1 Phần mẫu thử và chuẩn bị dung dịch thử

Cân một lượng vừa đủ mẫu thử đã chuẩn bị (Điều 8), chính xác đến 1 mg, cho ngay vào bình định mức 25 ml. Làm nóng trước mẫu dạng rắn đến nhiệt độ cao hơn điểm nóng chảy của mẫu 10 °C. Hoà tan mẫu trong khoảng từ 5 ml đến 10 ml iso-octan (5.2) và thêm iso-octan đến vạch.

Khối lượng phần mẫu thử phụ thuộc vào chất lượng mẫu và đặc tính của máy đo phổ được sử dụng và cần chọn lượng mẫu thích hợp để tránh các số đọc gần giới hạn trên và giới hạn dưới của thang đo. Nhìn chung, nên sử dụng từ 0,4 g đến 4,0 g mẫu.

9.2 Dung dịch thử không phản ứng

Dùng pipet (6.4), chuyển 5 ml dung dịch thử (9.1) vào ống nghiệm (6.3). Thêm 1 ml axit axetic băng (5.4), đậy nắp ống nghiệm và lắc kỹ. Giữ ống nghiệm ở nơi tối trong 8 min, ở nhiệt độ $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

Trong vòng 2 min tiếp theo, chuyển dung dịch này vào cuvet đo phổ khô, sạch. Sau tổng thời gian phản ứng là $10 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$, tiếp tục quy trình quy định trong 9.5.

9.3 Dung dịch thử phản ứng

Dùng pipet (6.4) chuyển 5 ml dung dịch thử (9.1) vào ống nghiệm (6.3). Dùng pipet (6.4) thêm 1 ml thuốc thử anisidin (5.5). Đậy chặt ống nghiệm và lắc kỹ. Giữ ống nghiệm ở nơi tối trong 8 min, ở nhiệt độ $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

Trong vòng 2 min tiếp theo, chuyển dung dịch này vào cuvet đo phổ khô, sạch. Sau tổng thời gian phản ứng là $10 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ kể từ khi thêm thuốc thử anisidin, tiếp tục quy trình quy định trong 9.5.

9.4 Mẫu trắng

Dùng pipet (6.4) chuyển 5 ml iso-octan (5.2) vào ống nghiệm (6.3). Dùng pipet (6.4) thêm 1 ml thuốc thử anisidin (5.5). Đậy chặt ống nghiệm và lắc kỹ. Giữ ống nghiệm ở nơi tối trong 8 min, ở nhiệt độ $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

Trong vòng 2 min tiếp theo, chuyển dung dịch này vào cuvet đo phổ khô, sạch. Sau tổng thời gian phản ứng là $10 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ kể từ khi thêm thuốc thử anisidin, tiếp tục quy trình quy định trong 9.5.

9.5 Phép đo phổ

Sử dụng iso-octan (5.2) chỉnh độ hấp thụ của máy đo phổ về zero ở bước sóng 350 nm.

Đo các độ hấp thụ sau đây so với iso-octan (5.2):

- A_1 của dung dịch phản ứng (9.3),
- A_0 của dung dịch thử không phản ứng (9.2), và
- A_2 của mẫu trắng (9.4).

9.6 Dải độ hấp thụ

Nếu độ hấp thụ đo được A_1 của dung dịch phản ứng (9.3) không nằm trong dải từ 0,2 đến 0,8 thì lặp lại phép xác định (9.2 đến 9.4) với lượng mẫu thử được điều chỉnh.

Nếu độ hấp thụ đo được A_2 của mẫu trắng vượt quá 0,2 thì tinh sạch lại thuốc thử anisidin theo 5.3 và chuẩn bị thuốc thử anisidin mới (5.5). Lặp lại phép thử này với thuốc thử anisidin mới.

10 Biểu thị kết quả

10.1 Trị số anisidin (AV) của mẫu thử được tính bằng Công thức (1) sau đây:

$$AV = \frac{100QV}{m} [1,2(A_1 - A_2 - A_0)] \quad (1)$$

Trong đó:

V là thể tích của mẫu thử đã hoà tan, tính bằng mililit (ml) ($V = 25$ ml);

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

Q là hàm lượng mẫu của dung dịch đo dùng để biểu thị trị số anisidin, tính bằng gam trên mililit (g/ml) ($Q = 0,01$ g/ml);

A_0 là độ hấp thụ của dung dịch thử không phản ứng (9.2);

A_1 là độ hấp thụ của dung dịch phản ứng (9.3);

A_2 là độ hấp thụ của mẫu trắng (9.4);

1,2 hệ số hiệu chỉnh đối với độ pha loãng của dung dịch thử với 1 ml thuốc thử hoặc axit axetic bằng.

Ghi lại kết quả đến một chữ số thập phân.

10.2 Khi đánh giá sự hư hỏng dầu do oxy hoá thì có thể dùng trị số oxy hoá tổng số hoặc "trị số totox" (TV). TV được tính theo Công thức (2) dưới đây [với trị số peroxit (PV) biểu thị bằng meq O_2 /kg]:

$$TV = (2 \times PV) + AV \quad (2)$$

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của hai phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và nền mẫu khác với các dải nồng độ và nền mẫu đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn độ lặp lại r nêu trong Bảng 1.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn độ tái lập R nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Giới hạn lặp lại (r) và giới hạn tái lập (R)

Trị số anisidin	Dải biến thiên	r	R
AV (trung bình của hai lần xác định)	từ 0 đến 100	$0,034 \text{ AV} + 0,31$	$0,19 \text{ AV} + 1,41$

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử liên phòng thử nghiệm quốc tế do ITERG (Pháp) thực hiện năm 2004, với 18 phòng thử nghiệm tham gia (từ 9 quốc gia: Argentina, Canada, Pháp, Đức, Hungary, Hà Lan, Thổ Nhĩ Kỳ, Anh, Hoa Kỳ), mỗi lần thực hiện 2 phép xác định trên mỗi mẫu, đưa ra các kết quả thống kê [được xác định theo TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)] nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Các kết quả phép thử liên phòng thử nghiệm

Mẫu	Dầu đầu nành	Dầu hạt cải thô	Dầu hạt óc chó	Dầu cá	Dầu cá	Mỡ gia cầm	Dầu rán đã qua sử dụng
Số phòng thử nghiệm giữ lại sau khi trừ ngoại lệ	16	17	17	16	17	15	16
Giá trị trung bình	3,46	0,95	6,86	25,46	31,54	4,59	96,80
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,09	0,08	0,17	0,31	0,72	0,28	1,22
Hệ số biến thiên lặp lại, %	2,6	8,2	2,5	1,2	2,3	6,0	1,3
Giới hạn lặp lại, r ($2,8 \times s_r$)	0,25	0,22	0,48	0,86	2,02	0,78	3,43
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,27	0,39	0,52	1,75	3,79	1,80	6,74
Hệ số biến thiên tái lập, %	7,9	41,4	7,6	6,9	12,0	39,3	7,0
Giới hạn tái lập, R ($2,8 \times s_R$)	0,77	1,10	1,46	4,89	10,61	5,05	18,86

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 2625 (ISO 5555), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu*
 - [2] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung*
 - [3] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn*
 - [4] IUPAC 2.504, *Determination of the p-anisidine value (p-A.V.)*
-